

## PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 2004-279366

(43)Date of publication of application : 07.10.2004

---

(51)Int.Cl.

G01N 1/32

G01N 1/28

H01L 21/66

---

(21)Application number : 2003-074908

(71)Applicant : TOSHIBA CERAMICS CO LTD

(22)Date of filing : 19.03.2003

(72)Inventor : OBATA SHIGEO  
SAITO HIROYUKI

---

**(54) METHOD OF INSPECTING CRYSTAL DEFECT IN SURFACE LAYER PART OF SILICON WAFER**

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To accurately count and evaluate BMDs in a surface layer part of a silicon wafer, irrespective of kinds of etching liquids.

SOLUTION: The present invention provides a technique for protecting the surface layer part in selective etching and for evaluating the BMDs in the surface layer part, by forming nitride film (film having high resistance against hydrofluoric acid etching) in the silicon wafer with a surface coated with an oxide film. That is, a micro crystal defect existing in the surface layer part of the silicon wafer is actualized to be counted, by etching the silicon wafer surface selectively after forming the nitride film on the silicon wafer surface, in this method of inspecting the crystal defect in the surface layer part of the silicon wafer of the present invention.

---

### LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's  
decision of rejection]

[Date of requesting appeal against  
examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

**\* NOTICES \***

**JPO and NCIPi are not responsible for any damages caused by the use of this translation.**

1. This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
2. \*\*\*\* shows the word which can not be translated.
3. In the drawings, any words are not translated.

---

**CLAIMS**

---

[Claim(s)]

[Claim 1]

The silicon wafer surface section crystal defect inspection approach characterized by actualizing the minute crystal defect which exists in the silicon wafer surface section by carrying out selective etching of this silicon wafer front face, and carrying out counting after forming a nitride in a silicon wafer front face.

[Claim 2]

The silicon wafer surface section crystal defect inspection approach according to claim 1 that the nitride which forms membranes to said silicon wafer front face is characterized by being in the range of 0.01-0.5 micrometers.

---

[Translation done.]

**\* NOTICES \***

**JPO and NCIPi are not responsible for any damages caused by the use of this translation.**

1. This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
2. \*\*\*\* shows the word which can not be translated.
3. In the drawings, any words are not translated.

---

**DETAILED DESCRIPTION**

---

[Detailed Description of the Invention]

[0001]

[Field of the Invention]

This invention relates to the approach of inspecting crystal \*\*\*\* like the oxygen sludge which distributes and exists in the depth direction from the surface layer of Si wafer.

[0002]

[Description of the Prior Art]

The silicon wafer used for a semiconductor device slices the single crystal ingot which was mainly able to be pulled up from polish recon melt by the CZ process, and is manufactured.

[0003]

After a CZ process's carrying out heating fusion of the polish recon of the raw material supplied in the quartz crucible, contacting the tip of seed crystal to this silicon melt and familiarizing it, it raises and pulls up a silicon single crystal ingot. Thus, it is known that various kinds of crystal defects exist in the manufactured silicon wafer. As a crystal defect generated during a silicon single crystal pull-up, an oxygen sludge defect (BMD), the oxide induction stacking fault (OSF), the stacking fault, the crystal reason particle defect (COP), the metal sludge reason crystal defect (Crystal defect), etc. are known.

[0004]

Among these crystal defects, in order for a metal sludge defect to worsen the property of the semiconductor device produced using this silicon wafer and to reduce the yield of the device of an excellent article, disappearing this defect is performed. That is, the approach which impurities, such as heavy metal, have the property by which a trap is carried out to the crystal defect which exists in a silicon wafer, and used this is an approach called the IG method (Intrinsic Gettering). In this IG method, the oxygen sludge defect usually called BMD is used.

[0005]

In BMD, as mentioned above, it is a kind of the crystal defect of a silicon single crystal, and it is called the oxygen sludge defect. Although this BMD distributes and exists even in the interior from the surface section of a silicon single crystal, in order that this BMD may carry out the trap of the impurity containing the heavy-metal element which exists in a silicon single crystal, may inactivate it and may improve the poor silicon device property based on heavy metal pollution, it is made desirable [ that BMD of the range suitable in a silicon single crystal exists ]. If take and it is in manufacture of a silicon wafer, it asks, and it is computing the BMD consistency in a silicon wafer about the manufactured silicon wafer by managing this BMD in the necessary range carrying out counting of the BMD.

[0006]

Usually, in order to have observed inspection of a crystal defect like BMD, i.e., a single crystal, and to have performed counting of BMD, after performing precipitation heat treatment (oxygen ambient atmosphere) to a silicon wafer, cleavage of the sample was carried out and it was carrying out by etching using the selection etching reagent which mentions a cross section later (patent reference 1 reference). Usually, in a crystal defect part like BMD, an oxidation rate is quick and a defective part serves as a concave. The crevice by etching is called an etch pit. observing this etch pit with an optical microscope -- the crystal defect of a silicon wafer -- observing -- counting -- it can evaluate.

[0007]

By the way, as for the selection etching reagent used conventionally, the etching reagent of a fluoric acid system is mainly used. This consists of fluoric acid (HF) which is a powerful oxidizer like chrome oxide (CrO<sub>3</sub>) or a nitric acid (HNO<sub>3</sub>), palliative like water (H<sub>2</sub>O) or an acetic acid (CH<sub>3</sub>COOH), and a reducing agent.

[0008]

Such a selection etching reagent oxidizes and dissolves an oxide (SiO<sub>2</sub>) by HF continuously in a silicon wafer front face with an oxidizer first. It is because the oxidation rates of the silicon in a \*\*\*\* field and other perfect fields differ that a defect is etched alternatively.

[0009]

By the way, although a crystal defect part like BMD which exists in a silicon wafer is alternatively etched by the approach using such a conventional selection etching reagent, since a silicon wafer surface region will also be etched into coincidence, counting of the BMD of the surface section is carried out correctly, and it has the fault that observation evaluation cannot be carried out. Therefore, it was impossible about the silicon wafer used as a subject of examination to have asked for DZ width of face of a sample correctly.

[0010]

[Patent reference 1] JP,10-227729,A

[0011]

[Problem(s) to be Solved by the Invention]

what solves said said trouble that this invention cannot inspect BMD of the surface section correctly in the conventional BMD inspection approach as carried out -- it is -- the class of selection etching reagent -- not depending -- BMD of the silicon wafer surface section -- accuracy -- it aims at realizing the inspection approach which can carry out counting highly and which can be evaluated.

[0012]

[Means for Solving the Problem]

This invention is forming a nitride (film which has the high resistance over fluoric acid etching) in the silicon wafer with which the oxide film's has covered the front face, when it performs selective etching, it protects the surface section, and it offers the technique whose BMD evaluation of the surface section is attained.

[0013]

That is, this invention is the silicon wafer surface section crystal defect inspection approach characterized by actualizing the minute crystal defect which exists in the silicon wafer surface section, and carrying out counting by carrying out selective etching of this silicon wafer front face, after forming a nitride in a silicon wafer front face.

[0014]

In said this invention, it is desirable to perform formation of a nitride on said silicon wafer front face by heat-treating in nitrogen-gas-atmosphere mind, or to carry out by reduced pressure chemical vapor deposition or the plasma-CVD method.

[0015]

Moreover, in said this invention, it is desirable for the nitride which forms membranes to said silicon wafer front face to be in the range of 0.01-0.5 micrometers. When the thickness of a nitride is less than the above-mentioned range, it is etched by selective etching to the silicon wafer surface section, and the crystal defect which exists in the surface section cannot be inspected. On the other hand, when the thickness of a nitride exceeds the above-mentioned range, the effectiveness of the surface protection beyond it is not improved, either and it is not practical only by nitriding treatment taking time amount.

[0016]

[Embodiment of the Invention]

Hereafter, how to inspect BMD of the silicon wafer surface section of this invention is explained. The silicon wafer which can apply this invention is a silicon wafer which sliced the silicon single crystal which was able to be pulled up by the CZ process, ground, and was produced. As a silicon wafer to be examined, hydrogen processing of the silicon wafer can be carried out, nitrogen dope processing can be carried out further, or it can also apply to the silicon wafer which performed

various processings, such as epitaxial growth processing, further.

[0017]

The inspection approaches of this invention are observation and an inspection process which carries out counting about the process which forms a nitride in the silicon wafer front face used as a subject of examination, the process for which a silicon wafer sample is prepared so that cleavage of this silicon wafer may be carried out and distribution of BMD from the front face of a silicon wafer to the thickness direction can be inspected, the process which etches the cleavage plane front face of a silicon wafer with a selection etching reagent, and the etching pit produced by this.

According to this process, sequential explanation is given below.

[0018]

The 1st process is a process which forms a nitride in the silicon wafer front face used as a subject of examination.

as the formation approach of a nitride employable in this invention -- heat nitriding and LPCVD -- the nitride formation approach of well-known silicon wafers, such as law and a plasma-CVD method, is employable.

[0019]

Heat nitriding forms the SiN<sub>x</sub> film in a silicon wafer front face by heating a silicon wafer at 1200-1300 degrees C under nitrogen-gas-atmosphere mind for 10 to 15 hours. According to this approach, it is the simple approach of what requires time amount for membrane formation, and is practical.

[0020]

The LPCVD (reduced pressure CVD) method is the approach of decompressing the inside of a LPCVD reaction chamber to 10-103Pa, heating at about 750 degrees C, making SiH<sub>2</sub>Cl<sub>2</sub> or NH<sub>3</sub> return in a reaction chamber, nitriding a silicon front face, and forming a SiN<sub>x</sub> layer. The nitride formed by this approach has membrane structure near Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> from the consistency and the description of an organization.

[0021]

Moreover, a plasma-CVD method is 200-300 degrees C, and nitrides a silicon wafer front face by carrying out a plasma exposure in a SiH<sub>4</sub>-NH<sub>3</sub> gas ambient atmosphere in the reaction chamber of the pressure of 0.2MPa (0.2Torr) extent. As for this approach, it is desirable to apply to the wafer which can form in low temperature comparatively and cannot be exposed to an elevated temperature.

[0022]

The thickness of the nitride formed by said all directions method has the desirable range of 0.01-0.5 micrometers. When a nitride is less than said range, in the etching process mentioned later, it cannot prevent that a substrate front face is etched and the function of a protective coat cannot be attained. On the other hand, even if the thickness of a nitride exceeds said range, the effectiveness of the surface protection beyond it is not improved, either and it is not practical only by nitriding treatment taking time amount.

[0023]

Next, the 2nd process of this invention is a process which adds a mechanical blow for a silicon wafer in the inspection part of the silicon wafer in which the nitride was formed on the front face, and carries out cleavage of the crystal. As for the direction as for which the silicon wafer used as a sample carries out cleavage, it is desirable to carry out cleavage in the thickness direction of a silicon wafer, i.e., the direction perpendicular to a silicon wafer front face.

[0024]

Next, the 3rd process of this invention is a process which etches the silicon wafer front face in which the surface nitride was formed at said process by selective etching.

[0025]

The wet etching approach using the drugs solution of a fluoric acid system known as selective etching can be used for the etching approach adopted in this invention. This is immersed in an etching reagent in the silicon wafer used as a subject of examination, etches a silicon wafer by the chemical reaction, specifically is immersed, puts a silicon wafer to be examined on a room temperature -50 degree C etching reagent gently for 20 - 30 minutes, and carries out etching removal of the silicon oxide. The etching reagent of the following combination can be used as an etching

reagent used at this time.

[0026]

Although the etching reagent which can be used in this invention is usable if it is the liquid which does not corrode a nitride but can etch BMD alternatively, an etching reagent of a fluoric acid system which was mentioned above can be used. Specifically, this fluoric acid system etching reagent consists of fluoric acid (HF) which is a powerful oxidizer like chrome oxide (CrO<sub>3</sub>) or a nitric acid (HNO<sub>3</sub>), palliative like water (H<sub>2</sub>O) or an acetic acid (CH<sub>3</sub>COOH), and a reducing agent. Or iodine can also be added to this. 0.1-micrometer thing considered as the above by /of an etch rate is desirable.

It is made to wash and dry with pure water, and the silicon wafer which carried out etching processing moves to the following process.

[0027]

The 4th process of this invention is a process which inspects numbers, such as BMD of a silicon wafer, by carrying out counting and carrying out counting of observation and the etch pit which exists in a silicon wafer cleavage plane for an etching pit by the image processing according the silicon wafer to be examined processed even at said process to visual inspection or a CCD camera.

[0028]

A visual inspection computes a consistency by counting the number of the etch pits which originated in crystal defects, such as BMD, by viewing, and generated the silicon wafer which carried out etching processing using the microscope. Or counting of the etch pit which photoed the predetermined field of the front face of a silicon wafer to be examined using image pick-up equipment like CCD, carried out digital processing of the obtained image, and was produced as a result of selective etching is detected and carried out. Such technique is well-known approaches, as JP,2000-338047,A etc. sees.

[0029]

[Example]

(Example)

CZ silicon wafer of [001] is used, 1000 degrees C of crystal orientation heat-treated this for 16 hours, and it actualized the crystal defect on the front face of a wafer. and this silicon wafer front face -- LPCVD -- the nitride was formed in the thickness of 0.5 micrometers by law. Subsequently, cleavage of this silicon wafer was carried out by blow, it was immersed in the etching etching bath which consists of the fluoric acid which heated this silicon wafer at 50 degrees C, a nitric acid, and an acetic acid further, and was left for 17 minutes, and etching processing of the crystal defect was carried out alternatively. During this etching processing, change of the thickness of a silicon wafer was measured periodically. The result is written and is shown in drawing 1.

[0030]

After the completion of etching put for 17 minutes during the etching bath, after pure water washed this silicon wafer, using the microscope, counting of the etching pit whose 0.1mm exists in the field of 2 was carried out, and the consistency of an etching pit was computed by viewing. Consequently, in this silicon wafer front face, 1x10<sup>9</sup> etching pits /of 3 were seen cm.

Moreover, although two or more parts were performed for this processing about the same silicon wafer, the repeatability of a crystal defect consistency was good and was able to inspect the very efficient silicon wafer BMD.

[0031]

(Example of a comparison)

Except having not formed a nitride on the surface of the silicon wafer, like said example 1, etching processing was performed and change of silicon wafer thickness was investigated. The result is combined with drawing 1 and shown.

[0032]

The silicon wafer of the example 1 in which the nitride was formed on the silicon wafer front face did not have change of thickness through etching order so that drawing 1 might see. On the other hand, in the silicon wafer of the example of a comparison which does not form a nitride, it is after [ etching initiation ] 5 minutes, and the thickness of a silicon wafer with a thickness of 3 micrometers had already decreased. While reduction of the thickness according [ the silicon wafer of the example

1 which formed the nitride 17 minutes after considering as the terminal point of etching ] to etching was not still accepted, about 9.5-micrometer thickness change was accepted in the silicon wafer of the example 1 of a comparison which did not form a nitride. Consequently, in the silicon wafer which carried out etching processing for 17 minutes, it was judged that the etch pit which carried out counting about the silicon wafer of this invention in which the nitride was formed could also be evaluating the thing resulting from crystal defects, such as BMD which existed in the silicon wafer front face, and according to this approach, it became clear that a BMD crystal defect could be inspected with a sufficient precision.

[0033]

In the above-mentioned example, although the inspection approach of this invention was used for evaluation of BMD, even if applied to inspection of other crystal defects which actualize and carry out counting of the crystal defect by etching, it became clear to demonstrate equivalent effectiveness.

[0034]

[Effect of the Invention]

This invention cannot be based on the class of selection etching reagent, but can evaluate minute crystal \*\*\*\* of the silicon wafer surface section.

[Brief Description of the Drawings]

[Drawing 1] The graph which shows change of Si wafer thickness in selective etching processing order.

[Description of Notations]

---

[Translation done.]



\* NOTICES \*

**JPO and NCIPi are not responsible for any damages caused by the use of this translation.**

1. This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
2. \*\*\*\* shows the word which can not be translated.
3. In the drawings, any words are not translated.

---

DESCRIPTION OF DRAWINGS

---

[Brief Description of the Drawings]

[Drawing 1] The graph which shows change of Si wafer thickness in selective etching processing order.

[Description of Notations]

---

[Translation done.]

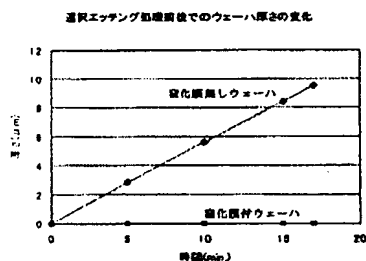
## \* NOTICES \*

JPO and NCIPi are not responsible for any damages caused by the use of this translation.

1. This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
2. \*\*\*\* shows the word which can not be translated.
3. In the drawings, any words are not translated.

## DRAWINGS

## [Drawing 1]



[Translation done.]

# PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 2004-279366

(43)Date of publication of application : 07.10.2004

(51)Int.Cl.

G01N 1/32

G01N 1/28

H01L 21/66

(21)Application number : 2003-074908

(71)Applicant : TOSHIBA CERAMICS CO LTD

(22)Date of filing : 19.03.2003

(72)Inventor : OBATA SHIGEO  
SAITO HIROYUKI

## (54) METHOD OF INSPECTING CRYSTAL DEFECT IN SURFACE LAYER PART OF SILICON WAFER

### (57)Abstract:

**PROBLEM TO BE SOLVED:** To accurately count and evaluate BMDs in a surface layer part of a silicon wafer, irrespective of kinds of etching liquids.

**SOLUTION:** The present invention provides a technique for protecting the surface layer part in selective etching and for evaluating the BMDs in the surface layer part, by forming nitride film (film having high resistance against hydrofluoric acid etching) in the silicon wafer with a surface coated with an oxide film. That is, a micro crystal defect existing in the surface layer part of the silicon wafer is actualized to be counted, by etching the silicon wafer surface selectively after forming the nitride film on the silicon wafer surface, in this method of inspecting the crystal defect in the surface layer part of the silicon wafer of the present invention.

## LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 公開特許公報(A)

(11) 特許出願公開番号

特開2004-279366

(P2004-279366A)

(43) 公開日 平成16年10月7日(2004.10.7)

(51) Int. Cl. <sup>7</sup>		F I		テーマコード (参考)	
GO 1 N 1/32		GO 1 N 1/32		B 2 G O 5 2	
GO 1 N 1/28		HO 1 L 21/66		N 4 M 1 0 6	
HO 1 L 21/66		GO 1 N 1/28		N	
審査請求 未請求 請求項の数 2 O L (全 7 頁)					
(21) 出願番号		特願2003-74908 (P2003-74908)		(71) 出願人 000221122	
(22) 出願日		平成15年3月19日 (2003. 3. 19)		東芝セラミックス株式会社	
				東京都新宿区西新宿七丁目5番25号	
				(74) 代理人 100088487	
				弁理士 松山 允之	
				(74) 復代理人 100108062	
				弁理士 日向寺 雅彦	
				(72) 発明者 小幡 茂雄	
				新潟県北蒲原郡聖籠町東港六丁目861番	
				5号 新潟東芝セラミックス株式会社内	
				(72) 発明者 斉藤 広幸	
				新潟県北蒲原郡聖籠町東港六丁目861番	
				5号 新潟東芝セラミックス株式会社内	
最終頁に続く					

(54) 【発明の名称】 シリコンウェハ表層部結晶欠陥検査方法

(57) 【要約】

【課題】本発明は、エッチング液の種類によらず、シリコンウェハ表層部のBMDを確度高く計数し、評価することができる検査方法を実現することを目的とする。

【解決手段】本発明は、酸化膜が表面を覆っているシリコンウェハに窒化膜（フッ酸エッチングに対する高い耐性を有する膜）を形成することで、選択エッチングを行った際に表層部を保護し、表層部のBMD評価が可能となる技術を提供する。すなわち、本発明は、検査対象シリコンウェハ表面に窒化膜を形成した後、該シリコンウェハ表面を選択エッチングすることによりシリコンウェハ表層部に存在する微小な結晶欠陥を顕在化させて計数することを特徴とするシリコンウェハ表層部結晶欠陥検査方法である。

【選択図】 なし

## 【特許請求の範囲】

## 【請求項1】

シリコンウェハ表面に窒化膜を形成した後、該シリコンウェハ表面を選択エッチングすることによりシリコンウェハ表層部に存在する微小な結晶欠陥を顕在化させて計数することを特徴とするシリコンウェハ表層部結晶欠陥検査方法。

## 【請求項2】

前記シリコンウェハ表面へ成膜する窒化膜が、 $0.01 \sim 0.5 \mu\text{m}$ の範囲にあることを特徴とする請求項1に記載のシリコンウェハ表層部結晶欠陥検査方法。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

## 【発明の属する技術分野】

本発明は、Siウェハの表面層から深さ方向に分布して存在している酸素析出物のような結晶欠陥を検査する方法に関する。

## 【0002】

## 【従来の技術】

半導体デバイスに用いられるシリコンウェハは、主としてポリシリコン融液からCZ法により引上げられた単結晶インゴットをスライスして製造される。

## 【0003】

CZ法は、石英ルツボ内に供給された原料のポリシリコンを加熱溶解し、このシリコン融液に種結晶の先端を接触させ、なじませた後、シリコン単結晶インゴットを育成し引上げるものである。このようにして製造されたシリコンウェハには、各種の結晶欠陥が存在することが知られている。シリコン単結晶引上げ中に発生する結晶欠陥として、酸素析出物欠陥(BMD)、酸化物誘起積層欠陥(OSF)、積層欠陥、結晶起因パーティクル欠陥(COP)、金属析出物起因結晶欠陥(Crystal defect)などが知られている。

## 【0004】

これらの結晶欠陥の内、金属析出物欠陥は、このシリコンウェハを使用して作製される半導体デバイスの特性を悪化させ、良品のデバイスの収率を低下させるために、この欠陥を消滅されることが行われている。すなわち、重金属などの不純物は、シリコンウェハに存在する結晶欠陥にトラップされる性質があり、これを利用した方法がIG法(Intrinsic Gettering)と呼ばれる方法である。このIG法においては、通常BMDと呼ばれている酸素析出物欠陥が使用される。

## 【0005】

BMDとは、前述したようにシリコン単結晶の結晶欠陥の一種であり、酸素析出物欠陥と呼ばれている。このBMDは、シリコン単結晶の表層部から内部にまで分布して存在しているが、このBMDは、シリコン単結晶中に存在する重金属元素を含む不純物をトラップして不活性化し、重金属汚染に基づくシリコンデバイス特性不良を改善するため、シリコン単結晶中には適切な範囲のBMDが存在することが好ましいとされている。シリコンウェハの製造においては、このBMDを所要の範囲に管理することが求められており、製造したシリコンウェハについては、BMDを計数して、シリコンウェハ中のBMD密度を算出している。

## 【0006】

通常BMDのような結晶欠陥の検査、すなわち単結晶を観察し、BMDの計数を行うには、シリコンウェハに析出熱処理(酸素雰囲気)を行った後、サンプルを劈開し、断面を後述する選択エッチング液を用いて、エッチングして行っていた(特許文献1参照)。通常、BMDのような結晶欠陥部分では、酸化速度が速く、欠陥部は凹状となる。エッチングによる凹部はエッチビットと呼ばれる。このエッチビットを光学顕微鏡で観察することにより、シリコンウェハの結晶欠陥を観察し計数評価することができる。

## 【0007】

ところで、従来用いられている選択エッチング液は、主にフッ酸系のエッチング液が用い

られている。これは、酸化クロム ( $\text{CrO}_3$ ) や硝酸 ( $\text{HNO}_3$ ) のような強力な酸化剤、水 ( $\text{H}_2\text{O}$ ) や酢酸 ( $\text{CH}_3\text{COOH}$ ) のような緩和剤、及び還元剤であるフッ酸 ( $\text{HF}$ ) から構成されている。

【0008】

このような選択エッチング液は、まず酸化剤でシリコンウェハ表面を酸化し、続いて  $\text{HF}$  で酸化物 ( $\text{SiO}_2$ ) を溶解する。欠陥が選択的にエッチングされるのは、欠陥領域と他の完全領域でのシリコンの酸化速度が異なることによる。

【0009】

ところでこのような従来の選択エッチング液を用いた方法では、シリコンウェハ中に存在する BMD のような結晶欠陥部位を選択的にエッチングするが、同時にシリコンウェハ表層部もエッチングされてしまうため、表層部の BMD を正しく計数し、観察評価することができないという欠点を有している。そのために、検査対象となるシリコンウェハについて、正確にサンプルの DZ 幅を求めることが不可能であった。

【0010】

【特許文献1】特開平10-227729号公報

【0011】

【発明が解決しようとする課題】

前記したように、本発明は、従来の BMD 検査方法において、表層部の BMD を正しく検査することができないという前記問題点を解決するもので、選択エッチング液の種類によらず、シリコンウェハ表層部の BMD を確度高く計数し、評価することができる検査方法を実現することを目的とする。

【0012】

【課題を解決するための手段】

本発明は、酸化膜が表面を覆っているシリコンウェハに窒化膜（フッ酸エッチングに対する高い耐性を有する膜）を形成することで、選択エッチングを行った際に表層部を保護し、表層部の BMD 評価が可能となる技術を提供する。

【0013】

すなわち、本発明は、シリコンウェハ表面に窒化膜を形成した後、該シリコンウェハ表面を選択エッチングすることによりシリコンウェハ表層部に存在する微小な結晶欠陥を顕在化させて計数することを特徴とするシリコンウェハ表層部結晶欠陥検査方法である。

【0014】

前記本発明において、前記シリコンウェハ表面への窒化膜の形成を、窒素雰囲気中で熱処理することにより行うか、あるいは、減圧化学気相成長またはプラズマ CVD 法によって行うことが好ましい。

【0015】

また、前記本発明において、前記シリコンウェハ表面へ成膜する窒化膜が、 $0.01 \sim 0.5 \mu\text{m}$  の範囲にあることが望ましい。窒化膜の膜厚が、上記範囲を下回った場合、選択エッチングによりシリコンウェハ表層部までエッチングされ、表層部に存在する結晶欠陥を検査できない。一方、窒化膜の膜厚が上記範囲を上回った場合、それ以上の表面保護の効果も改善せず、窒化処理に時間がかかるばかりで実用的ではない。

【0016】

【発明の実施の形態】

以下、本発明のシリコンウェハ表層部の BMD を検査する方法について、説明する。

本発明を適用することができるシリコンウェハは、CZ 法によって引き上げられたシリコン単結晶をスライスし、研磨して作製されたシリコンウェハである。検査対象シリコンウェハとしては、さらに、シリコンウェハを水素処理したり、あるいは窒素ドーパ処理したり、さらにエピタキシャル成長処理など各種処理を行ったシリコンウェハに適用することもできる。

【0017】

本発明の検査方法は、検査対象となるシリコンウェハ表面に窒化膜を形成する工程、この

シリコンウェハを劈開してシリコンウェハの表面から厚さ方向へのBMDの分布を検査できるようにシリコンウェハサンプルを準備する工程、選択エッチング液でシリコンウェハの劈開面表面をエッチングする工程、及びこれによって生じたエッチングピットを観察及び計数する検査工程である。

以下この工程に従って順次説明する。

【0018】

第1の工程は、検査対象となるシリコンウェハ表面に窒化膜を形成する工程である。

本発明において、採用することができる窒化膜の形成方法としては、熱窒化法、LPCVD法、及び、プラズマCVD法等の公知のシリコンウェハの窒化膜形成方法を採用することができる。

【0019】

熱窒化法は、シリコンウェハを窒素ガス雰囲気下で、1200～1300℃で10～15時間加熱することによりシリコンウェハ表面にSiNx膜を形成するものである。この方法によれば、成膜に時間がかかるものの、簡便な方法であり、実用的である。

【0020】

LPCVD（減圧CVD）法は、LPCVD反応室内を10～103Paに減圧し、750℃程度に加熱し、SiH<sub>2</sub>Cl<sub>2</sub>あるいはNH<sub>3</sub>を反応室内に環流させて、シリコン表面を窒化してSiNx層を形成する方法である。この方法によって形成された窒化膜は、密度及び組織の特徴からSi<sub>3</sub>N<sub>4</sub>に近い膜構造となっている。

【0021】

また、プラズマCVD法は、200～300℃で、0.2MPa（0.2Torr）程度の圧力の反応室内で、SiH<sub>4</sub>-NH<sub>3</sub>ガス雰囲気中でプラズマ照射することによりシリコンウェハ表面を窒化するものである。この方法は比較的低温において成膜することができ、高温にさらすことができないウェハに適用することが好ましい。

【0022】

前記各方法によって形成される窒化膜の膜厚は、0.01～0.5μmの範囲が好ましい。窒化膜が前記範囲を下回った場合、後述するエッチング工程において、基板表面がエッチングされるのを阻止することができず、保護膜の機能を達成することができない。一方、窒化膜の膜厚が前記範囲を上回ったとしても、それ以上の表面保護の効果も改善せず、窒化処理に時間がかかるばかりで実用的ではない。

【0023】

次に、本発明の第2の工程は、表面に窒化膜を形成したシリコンウェハの検査箇所においてシリコンウェハを機械的な打撃を加えて結晶を劈開する工程である。試料となるシリコンウェハの劈開する方向は、シリコンウェハの厚さ方向、すなわち、シリコンウェハ表面に垂直な方向に劈開することが望ましい。

【0024】

次に、本発明の第3の工程は、前記工程で表面窒化膜を形成されたシリコンウェハ表面を、選択エッチングによりエッチングする工程である。

【0025】

本発明において採用されるエッチング方法は、選択エッチングとして知られているフッ酸系の薬剤溶液を用いた湿式エッチング方法を採用することができる。これは、検査対象となるシリコンウェハをエッチング液に浸漬して、化学反応によってシリコンウェハをエッチングするものであり、具体的には室温～50℃のエッチング液に、検査対象のシリコンウェハを浸漬し、20～30分間静置して、シリコン酸化物をエッチング除去する。このときに使用されるエッチング液としては、下記のような配合のエッチング液を用いることができる。

【0026】

本発明において用いることができるエッチング液は、窒化膜を浸食せず、BMDを選択的にエッチングできる液であれば使用可能であるが、前述したようなフッ酸系のエッチング液を用いることができる。具体的には、このフッ酸系エッチング液は、酸化クロム（Cr

$\text{O}_3$ )や硝酸( $\text{HNO}_3$ )のような強力な酸化剤、水( $\text{H}_2\text{O}$ )や酢酸( $\text{CH}_3\text{COOH}$ )のような緩和剤、及び還元剤であるフッ酸( $\text{HF}$ )から構成されている。あるいは、これにヨウ素を添加することもできる。エッチング速度は、 $0.1\mu\text{m}/\text{分}$ 以上とすることが好ましい。

エッチング処理したシリコンウェハは、純水で洗浄し乾燥させ、次の工程に移る。

#### 【0027】

本発明の第4の工程は、前記工程までで処理された検査対象のシリコンウェハを、目視検査あるいはCCDカメラによる画像処理によって、エッチングビットを観測・計数して、シリコンウェハ劈開面に存在するエッチビットを計数することによりシリコンウェハのBMDなどの数を検査する工程である。

#### 【0028】

目視検査は、エッチング処理したシリコンウェハを、顕微鏡を用いて目視によりBMD等の結晶欠陥に起因して生成したエッチビットの数を数えて、密度を算出する。あるいは、検査対象のシリコンウェハの表面の所定の領域をCCDのような撮像装置を用いて撮影し、得られた画像をデジタル処理して選択エッチングの結果生じたエッチビットを検出して計数するものである。これらの手法は、たとえば、特開2000-338047号公報などに見られるように公知の方法である。

#### 【0029】

##### 【実施例】

##### (実施例)

結晶方位が、[001]のCZシリコンウェハを使用し、これを $1000^\circ\text{C}$ 、16時間加熱処理して、ウェハ表面の結晶欠陥を顕在化させた。そして、このシリコンウェハ表面に、LPCVD法により、窒化膜を $0.5\mu\text{m}$ の厚さに形成した。次いでこのシリコンウェハを、打撃によって劈開し、さらに、このシリコンウェハを、 $50^\circ\text{C}$ に加熱したフッ酸、硝酸、及び酢酸からなるエッチングエッチング浴に浸漬し17分間放置し、結晶欠陥を選択的にエッチング処理した。このエッチング処理中に、定期的に、シリコンウェハの厚さの変化を測定した。その結果を書き図1に示す。

#### 【0030】

エッチング浴中において17分間静置したエッチング完了後、このシリコンウェハを純水で洗浄した後、顕微鏡を用いて、目視により、 $0.1\text{mm}^2$ の領域に存在するエッチングビットを計数し、エッチングビットの密度を算出した。その結果、このシリコンウェハ表面には、 $1\times 10^9$ 個/ $\text{cm}^2$ のエッチングビットが見られた。

また、この処理を同一のシリコンウェハについて複数の箇所を行ったが、結晶欠陥密度の再現性がよく、極めて効率的なシリコンウェハBMDの検査を行うことができた。

#### 【0031】

##### (比較例)

シリコンウェハの表面に窒化膜を形成しなかったこと以外は、前記実施例1と同様にして、エッチング処理を行い、シリコンウェハ厚みの変化を調べた。その結果を、図1に併せて示す。

#### 【0032】

図1に見られるように、シリコンウェハ表面に窒化膜を形成した実施例1のシリコンウェハは、エッチング前後を通じて厚さの変化がなかった。一方、窒化膜を形成しない比較例のシリコンウェハにおいては、エッチング開始後5分ですでに $3\mu\text{m}$ の厚さのシリコンウェハの厚さが減少していた。エッチングの終点とした17分後においても、窒化膜を形成した実施例1のシリコンウェハは、エッチングによる厚さの減少は依然として認められなかった一方で、窒化膜を形成しなかった比較例1のシリコンウェハにおいては、約 $9.5\mu\text{m}$ の厚さ変化が認められた。その結果、17分エッチング処理したシリコンウェハにおいて、窒化膜を形成した本発明のシリコンウェハについて計数したエッチビットは、シリコンウェハ表面に存在していたBMD等の結晶欠陥に起因するものも評価できていると判断され、この方法によれば、BMD結晶欠陥を精度よく検査できることが判明した。



## 【0033】

上記実施例では、本発明の検査方法を、BMDの評価に用いたが、エッチングによって結晶欠陥を顕在化して計数する他の結晶欠陥の検査に適用しても、同等の効果を発揮することがあきらかとなった。

## 【0034】

## 【発明の効果】

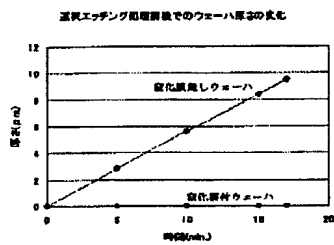
本発明は選択エッチング液の種類によらずシリコンウェハ表層部の微小な結晶欠陥を評価することができる。

## 【図面の簡単な説明】

【図1】選択エッチング処理前後でのSiウェハ厚さの変化を示すグラフ。

## 【符号の説明】

【図1】



F ターム(参考) 2G052 AA13 AD32 AD52 EB11 EC12 EC14 FC02 FC15 FD06 FD10  
GA31 JA09  
4M106 AA01 AA12 BA10 CB20